

## MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):

(19)【発行国】  
日本国特許庁 (JP)

(19)[ISSUING COUNTRY]  
Japanese Patent Office (JP)

(12)【公報種別】  
公開特許公報 (A)

Laid-open (Kokai) patent application number  
(A)

(11)【公開番号】  
特開平9-76233

(11)[UNEXAMINED PATENT NUMBER]  
Unexamined Japanese Patent 9-76233

(43)【公開日】  
平成9年(1997)3月25  
日

(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]  
March 25th, Heisei 9 (1997)

(54)【発明の名称】  
セルロースエーテルの粉末化方  
法およびセルロースエーテルの  
粉末化装置

(54)[TITLE]  
The pulverization method of a cellulose ether,  
and the pulverization device of a cellulose ether

(51)【国際特許分類第6版】  
B29B 13/10  
7/62  
C08J 3/12 CEP  
// B29K 1:00  
C08L 1:00

(51)[IPC]  
B29B 13/10  
7/62  
C08J 3/12 CEP  
// B29K 1:00  
C08L 1:00

【FI】  
B29B 13/10 9350-4F  
7/62 9350-  
4F  
C08J 3/12 CEP A

【FI】  
B29B 13/10 9350-4F  
7/62 9350-4F  
C08J 3/12 CEP A

【審査請求】  
未請求

[EXAMINATION REQUEST]  
UNREQUESTED

【請求項の数】 3

[NUMBER OF CLAIMS] Three

【出願形態】 OL

[Application form] OL

【全頁数】 5

[NUMBER OF PAGES] Five

(21)【出願番号】  
特願平7-239769

(21)[APPLICATION NUMBER]  
Japanese Patent Application No. 7-239769

(22)【出願日】  
平成7年(1995)9月19日

(22)[DATE OF FILING]  
September 19th, Heisei 7 (1995)

(71)【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】  
000002060

[ID CODE]  
000002060

【氏名又は名称】  
信越化学工業株式会社

Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. K.K.

【住所又は居所】  
東京都千代田区大手町二丁目6番1号

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 今井 聡樹

Souki Imai

【住所又は居所】  
新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 田中 秀二

Shuji Tanaka

【住所又は居所】  
新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内

[ADDRESS]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】 田村 行雄

Yukio Tamura

【住所又は居所】

[ADDRESS]

新潟県中頸城郡頸城村大字西福  
島28番地の1 信越化学工業  
株式会社合成技術研究所内

(74)【代理人】

(74)[PATENT AGENT]

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】 小宮 良雄

Yoshio Komiya

(57)【要約】

(57)[SUMMARY]

【課題】

粉碎後の粉末セルロースエーテルの流動性が良く、平均粒子径が小さく、嵩密度が高く、水溶液にしたときの粘度の低下が少ないセルロースエーテルの粉末化方法および粉末化装置を提供する。

[SUBJECT]

The pulverization method and the pulverization device of the cellulose ether with a bulk density the fluidity of the powder cellulose ether after grinding is good, and the average particle diameter is small, and high and a few reduction of the viscosity when making aqueous solution are provided.

【解決手段】

セルロースエーテルの粉末化方法は、テーブル2上の回転方向に沿って凹部4を有する回転円形テーブル2と、そのテーブル2の凹部4形状に整合する断面形状を持ち、テーブル2の回転放射方向に回転軸方向を有するローラ5との間隙で、繊維状セルロースエーテル原料を摩砕するに際し、テーブル2の凹部4内に回転放射方向の溝6、およびローラ5の表面であってテーブル2に対向する面に前記放射方向と同一方向の溝のうち少なくとも一方の溝6を有する間隙

[SOLUTION]

The pulverization method of a cellulose ether has the rotation circular table 2 which has a concave part 4 along the rotation direction on a table 2, and the cross-sectional form adjusted in concave part 4 form of the table 2. In a clearance with the roller 5 which has the direction of a rotation axis in the rotation radiation direction of a table 2, in case of grinding a fibrous cellulose ether starting material, the groove 6 of the rotation radiation direction into the concave part 4 of a table 2, and the surface of a roller 5 and it is the groove of the above-mentioned radiation direction and the same direction to the surface opposing to a table 2. Among these it grinds in the clearance which has at least one groove 6.

で摩砕する。

図 1

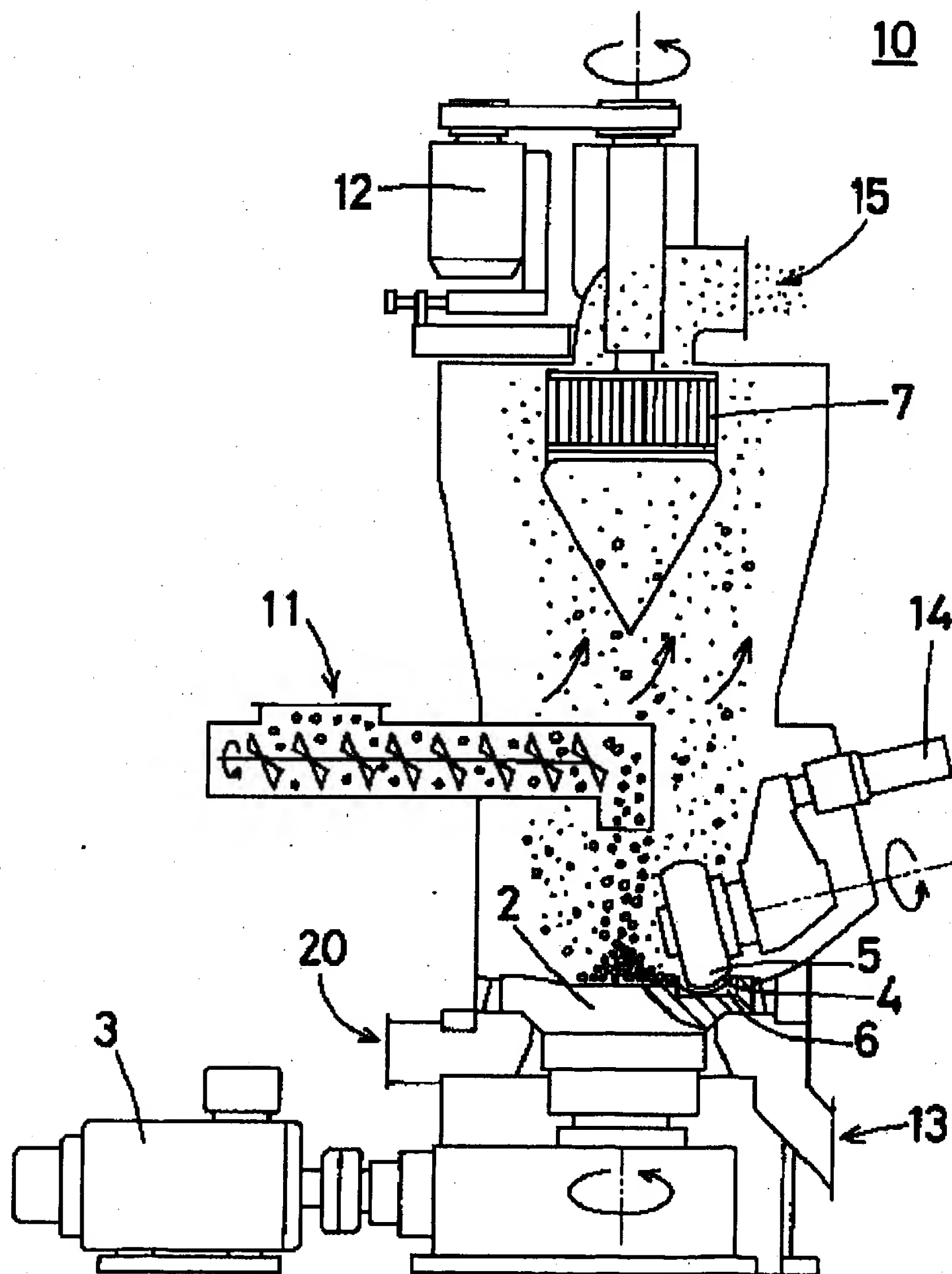


Table 1

## 【特許請求の範囲】

## [CLAIMS]

## 【請求項 1】

テーブル上の回転方向に沿って凹部を有する回転円形テーブルと、そのテーブルの凹部形状に整合する断面形状を持ち、テーブルの回転放射方向に回転軸方向を有するローラとの間隙で、繊維状セルロースエーテル原料を摩砕するに際し、テーブルの凹部内に該回転放射方向の溝、およびローラの表面であってテーブルに対向する面に前記放射方向と同一方向の溝のうち少なくとも一方の溝を有する間隙で摩砕することを特徴とするセルロースエーテルの粉末化方法。

## 【請求項 2】

前記セルロースエーテルが、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルメチルセルロース、ヒドロキシエチルエチルセルロースおよびカルボキシメチルセルロースの中から選ばれる少なくとも一種類であることを特徴とする請求項 1 に記載のセルロースエーテルの粉末化方法。

## 【請求項 3】

テーブル上の回転方向に沿って凹部を有する回転円形テーブルと、そのテーブルの凹部形状に整合する断面形状を持ち、テ

## [CLAIM 1]

A pulverization method of a cellulose ether, which is a holding the rotation circular table which has a concave part along the rotation direction on a table, and the cross-sectional form adjusted in the concave part form of the table. In a clearance with the roller which has the direction of a rotation axis in the rotation radiation direction of a table, in case of grinding a fibrous cellulose ether starting material, It grinds in the clearance which has at least one groove among the following in table concave circles. The groove of this rotation radiation direction, and the surface of a roller and it is the groove of the above-mentioned radiation direction and the same direction to the surface opposing to a table.

## [CLAIM 2]

A pulverization method of the cellulose ether of Claim 1, in which above-mentioned cellulose ethers are at least one kind chosen from a methyl cellulose, ethyl cellulose, a hydroxyethyl cellulose, a hydroxy-propyl cellulose, the hydroxypropyl methylcellulose, a hydroxyethyl methyl cellulose, hydroxyethyl ethyl cellulose, and carboxymethylcellulose.

## [CLAIM 3]

A pulverization device of a cellulose ether, in which the rotation circular table which has a concave part along the rotation direction on a table, and cross-sectional form adjusted in the concave part form of the table. It is these a

ブルの回転放射方向に回転軸方向を有し、テーブルに接近して配置されたローラとを備えたセルロースエーテルの粉末化装置において、テーブルの凹部内に該回転放射方向の溝、およびローラの表面であってテーブルに対向する面に前記放射方向と同一方向の溝のうち少なくとも一方の溝を有することを特徴とするセルロースエーテルの粉末化装置。

**【発明の詳細な説明】****【0001】****【産業上の利用分野】**

本発明は、各種溶媒の増粘剤、押し出し成形製法におけるバインダーなどとして使用されるセルロースエーテルの粉末化方法およびセルロースエーテルの粉末化装置に関するものである。

**【0002】****【従来の技術】**

セルロースエーテルは、セルロースの水酸基をエーテル化し水溶性にしたものである。セルロースエーテルを粉末化した粉末セルロースエーテルは、塗料やエマルジョンの増粘剤、セメント系押出用建材、モルタル混和剤、重合用混濁剤、セラミックス押出用バインダーなどとして多くの分野で大量に使用されている。

holding. It has the direction of a rotation axis in the rotation radiation direction of a table.

In the pulverization device of the cellulose ether equipped with the roller which approaches a table and has been arranged, in table concave circles, it has at least one groove among the following. The groove of this rotation radiation direction, and the surface of a roller and it is the groove of the above-mentioned radiation direction and the same direction to the surface opposing to a table.

**【DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION】****[0001]****【INDUSTRIAL APPLICATION】**

This invention relates to the pulverization method of the cellulose ether and the pulverization device of the cellulose ether which are used, as the thickener of various kinds of solvent, a binder in an extrusion molding manufacturing method, etc.

**[0002]****【PRIOR ART】**

The cellulose ether etherified the hydroxyl group of a cellulose and made it water-soluble.

The powder cellulose ether which pulverized the cellulose ether is used in large quantities in many field as the thickener of a paint or an emulsion, the building materials for cement type extrusion, the mortar admixture, the turbidity agent for polymerization, a binder for ceramic extrusion, etc.

## 【0003】

粉末セルロースエーテルの使用  
方法としては、水等の溶媒に溶  
解して基材に添加する方法と、  
基材と混合してから水等の溶媒  
を加えて混練する方法がある。  
後者の方法では、短時間で溶解  
して混合しやすいことが必要で  
あるため、粉末セルロースエー  
テルは平均粒子径が小さく、嵩  
密度が高く、水溶液にしたとき  
の粘度が高いことが要求され  
る。さらに粉末セルロースエー  
テルの使用量を少なくするため  
に、2重量%水溶液で1000  
0 mPa・s以上の高粘度が必  
要とされることもある。

## 【0004】

セルロースエーテルは以下のよ  
うにして製造される。精製され  
た高純度のコットンリンターパ  
ルプやウッドパルプのセルロース  
に反応触媒として水酸化ナト  
リウムや水酸化カリウム水溶液  
を添加した後、メトキシ基置  
換する場合には塩化メチル、エ  
トキシ基置換する場合には塩  
化エチル、ヒドロキシエチル基  
置換する場合には酸化エチレ  
ン、ヒドロキシプロポキシ基  
置換する場合には酸化プロピレ  
ン、カルボキシメチル基置換す  
る場合にはモノクロル酢酸を加  
えて、40～120℃で反応さ  
せる。

## 【0005】

得られたセルロースエーテル  
は、反応中に生成した塩化ナト  
リウムやカリウム、アルコー  
ル、グリコール類を除去し洗浄

## [0003]

As usage method of a powder cellulose ether, there are a method which is dissolved in solvent, such as water, and is added to a base material, and the method of adding and mixing solvent, such as water, after mixing with a base material.

Since it is necessary to be easy to mix by dissolving in a short time by the latter method, a powder cellulose ether has a small average particle diameter. Moreover, a bulk density is high. And, the viscosity when making aqueous solution is high. These are required.

Furthermore since to decrease the amount of the powder cellulose ether used, the high viscosity beyond 10000mPa\*s may be needed in 2 weight % aqueous solution.

## [0004]

A cellulose ether is produced as follows.

Sodium hydroxide and potassium hydroxide aqueous solution were added to the cellulose of the cotton linter pulp or the wood pulp of the refined high purity as a reaction catalyst. After that, in carrying out methoxyl group substitution, it adds methyl chloride. In substituting an ethoxyl, it adds ethyl chloride. In carrying out hydroxyethyl group substitution, it adds an ethyleneoxide. In carrying out the hydroxy propoxyl group substitution, it adds a propylene oxide. In carrying out carboxymethyl group substitution, it adds monochloroacetic acid. And, these are made to react at 40-120 degree C.

## [0005]

The obtained cellulose ether removes sodium chloride, potassium, the alcohol and the glycol which were formed in reaction, and washes and refines it.

After drying and making -containing water



して精製する。その後乾燥して含有水分を10重量%以下にした後、粉碎機で粉末化することにより粉末セルロースエーテルとなる。

**【0006】**

原料のセルロースの形状は繊維状や綿状であり、高粘度のセルロースエーテルを製造しようとする、その形状が乾燥工程まで維持されるため、流動性良く粉末化することが困難であった。

**【0007】**

セルロースエーテルを粉碎するには、剪断力を利用したカッターミルを使用する方法、衝撃力を利用したハンマーミルを使用する方法、チューブミルや振動ミル等の媒体ミルを使用する方法が広く行われている。

**【0008】**

カッターミルでセルロースエーテルを粉碎すると、得られる粉末セルロースエーテルは粒子径が大きくなってしまふ。ハンマーミルを使用すると粒子径が小さいものが得られるが、嵩密度が0.25 g/cc以下と低く流動性が悪いだけでなく、短時間で高エネルギーを与えて粉碎するため、処理量が低く生産性が悪い。媒体ミルを使用すると、粉碎時の滞留時間が長いため粘度の低下が激しい。

**【0009】**

content into 10 weight% or less after that, it becomes a powder cellulose ether by pulverizing with a grinding machine.

**[0006]**

The form of the cellulose of a starting material is the form of fibre, and a cotton-form.

Since the form would be maintained to a dry process when it is going to produce the cellulose ether of a high viscosity, it was difficult to pulverize with a sufficient fluidity.

**[0007]**

Since to grind a cellulose ether, the method of using the cutter mill using the shearing force, the method of using the hammer mill using impulse force, and the method of using medium mills, such as a tube mill and a vibration mill, are performed widely.

**[0008]**

As for the powder cellulose ether obtained, a particle diameter will become large when grinding a cellulose ether by the cutter mill.

Usage of a hammer mill obtains the thing has a small particle diameter.

However, in order that a bulk density may be as low as less than 0.25 g/cc and it a fluidity is not only bad, but may give and grind high energy in a short time, a throughput is low and productivity is bad.

When using a medium mill, since the residence time at the time of grinding is long, a reduction of viscosity is intense.

**[0009]**



**【発明が解決しようとする課題】**

これらに対し、堅型ローラミルを使用してセルロースエーテルを粉砕すると、効率よく微粉砕でき、嵩密度が高く、水溶液にしたときの粘度低下が少ない。しかしながら、堅型ローラミルでセルロースエーテルを粉砕すると、粉砕後の粉末セルロースエーテルの形状が針状になるため、平均粒子径が $70\mu\text{m}$ 程度で嵩密度が $0.27\text{g/cc}$ 以上に粉末化することは困難であった。

**【0010】**

本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、粉砕後の粉末セルロースエーテルの流動性が良く、平均粒子径が小さく、嵩密度が高く、水溶液にしたときの粘度の低下が少ないセルロースエーテルの粉末化方法およびセルロースエーテルの粉末化装置を提供することを目的とする。

**【0011】****【課題を解決するための手段】**

前記の目的を達成するためになされた本発明のセルロースエーテルの粉末化方法は、図1に示すように、テーブル2上の回転方向に沿って凹部4を有する回転円形テーブル2と、そのテーブル2の凹部4形状に整合する断面形状を持ち、テーブル2の回転放射方向に回転軸方向を有するローラ5との間で、繊維

**[PROBLEM ADDRESSED]**

When a vertical type roller mill is used and a cellulose ether is ground to these, it can pulverize efficiently. And, a bulk density is high and the viscosity reduction when making aqueous solution is few.

However, since the form of the powder cellulose ether after grinding will become acicular when a vertical type roller mill grinds a cellulose ether, the average particle diameter is about 70 micrometers. Therefore, it was difficult for a bulk density to pulverize more than  $0.27\text{g/cc}$ .

**[0010]**

It aims at providing the pulverization method of the cellulose ether and the pulverization device of the cellulose ether with a few reduction of the viscosity when having been made since to solve the subject that this invention is above-mentioned, and the fluidity of the powder cellulose ether after grinding being good, the average particle diameter being small, and a bulk density being high, and making aqueous solution.

**[0011]****[SOLUTION OF THE INVENTION]**

The pulverization method of the cellulose ether of this invention made since to achieve the above-mentioned objective, as shown in Figure 1, it is a holding the rotation circular table 2 which has a concave part 4 along the rotation direction on a table 2, and the cross-sectional form adjusted in concave part 4 form of the table 2. In a clearance with the roller 5 which has the direction of a rotation axis in the rotation radiation direction of a table 2, in case of grinding a fibrous cellulose ether starting material, it grinds in the clearance which has at

状セルロースエーテル原料を摩砕するに際し、テーブル2の凹部4内に該回転放射方向の溝6、およびローラ5の表面であってテーブル2に対向する面に前記放射方向と同一方向の溝9（図2参照）のうち少なくとも一方の溝6を有する間隙で摩砕する。

**【0012】**

前記セルロースエーテルは、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルメチルセルロース、ヒドロキシエチルエチルセルロースおよびカルボキシメチルセルロースの中から選ばれる少なくとも一種類であることが好ましい。

**【0013】**

前記の目的を達成するためになされた本発明のセルロースエーテルの粉末化装置は、図1に示すように、テーブル2上の回転方向に沿って凹部を有する回転円形テーブル2と、そのテーブル2の凹部4形状に整合する断面形状を持ち、テーブル2の回転放射方向に回転軸方向を有し、テーブル2に接近して配置されたローラ5とを備えたセルロースエーテルの粉末化装置10において、テーブル2の凹部4内に該回転放射方向の溝6、およびローラ5の表面であってテーブル2に対向する面に前記放射方向と同一方向の溝9（図2参照）のうち少なくとも一方

least one groove 6 among the following in table 2 concave part 4. The groove 6 of this rotation radiation direction, and the surface of a roller 5 and it is the groove 9 of the above-mentioned radiation direction and the same direction to the surface opposing to a table 2 (Figure 2 reference).

**[0012]**

As for an above-mentioned cellulose ether, it is preferable that they are at least one kind chosen from a methyl cellulose, ethyl cellulose, a hydroxyethyl cellulose, a hydroxy-propyl cellulose, the hydroxypropyl methylcellulose, a hydroxyethyl methyl cellulose, hydroxyethyl ethyl cellulose, and carboxymethylcellulose.

**[0013]**

The pulverization device of the cellulose ether of this invention made since to achieve the above-mentioned objective, as shown in Figure 1, it is a holding the rotation circular table 2 which has a concave part along the rotation direction on a table 2, and the cross-sectional form adjusted in concave part 4 form of the table 2. It has the direction of a rotation axis in the rotation radiation direction of a table 2. In the pulverization device 10 of the cellulose ether equipped with the roller 5 which approaches a table 2 and has been arranged in table 2 concave part 4, it has at least one groove 6 among the following. The groove 6 of this rotation radiation direction, and the surface of a roller 5 and it is the groove 9 of the above-mentioned radiation direction and the same direction to the surface opposing to a table 2 (Figure 2 reference).

の溝6を有する。

【0014】

【作用】

図1に示すように、溝6を有する回転円形テーブル2およびローラ5との間でセルロースエーテルを摩砕すると、粉碎後の粉末セルロースエーテルは針状にならずに球形に粉末化されるため、嵩密度の高い粉末セルロースエーテルとなる。また粉末化装置10内に送られた空気は、粉末化されたセルロースエーテルを速やかに粉末化装置10外へ排出されて過粉碎が避けられるため粘度の低下が抑えられる。回転円形テーブル2とローラ5とは、接触がないため振動や騒音がほとんどなく、粉塵爆発の恐れもない。

【0015】

【実施例】

以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

【0016】

図1は、本発明を適用するセルロースエーテルの粉末化装置10の実施例を示す概略図である。

【0017】

粉末化装置10は、容器1内で繊維状セルロースエーテル原料をターンテーブル2の凹部4とローラ5との間で摩砕し、粉末化された粉末セルロースエーテ

[0014]

[EFFECT]

As shown in Figure 1, a cellulose ether is ground between the rotation circular table 2 which has a groove 6, and the roller 5. Then, since the powder cellulose ether after grinding is pulverized by the globular form, without becoming acicular, it becomes the high powder cellulose ether of a bulk density.

Moreover since air sent in the pulverization device 10 is quickly emitted out of the pulverization device 10 in the pulverized cellulose ether and an overgrinding is avoided, a reduction of viscosity is controlled.

Since the rotation circular table 2 and the roller 5 do not have a contact, they almost have neither a vibration, nor a noise, and do not have fear of a dust explosion, either.

[0015]

[Example]

Hereafter, the Example of this invention is explained in detail.

[0016]

Figure 1 is schematic showing the Example of the pulverization device 10 of the cellulose ether which applies this invention.

[0017]

The pulverization device 10 grinds a (fibrous cellulose ether) starting material between the concave part 4 of a turntable 2, and the roller 5 within a container 1.

It is the device which the pulverized powder

ルを上部に吹き上げて容器 1 外部に排出する装置である。

**【0018】**

容器 1 内の下部にはターンテーブル 2 が配置され、ターンテーブル 2 はモータ 3 に連結され回転するようになっている。ターンテーブル 2 はその回転方向に沿って凹部 4 を有し、凹部 4 には回転放射方向の送り溝 6 を有している。また凹部 4 上には、凹部 4 の形状に整合する断面形状を持つローラ 5 が非接触で接近して配置されている。送り溝 6 の幅は、ターンテーブル 2 の外周に向かって細くなっている。ローラ 5 はターンテーブル 2 の回転放射方向に回転軸方向を有し、アーム 14 に接続されて凹部 4 に向かって押し下げられるようになっている。

**【0019】**

容器 1 内の上部には粉碎された粉末セルロースエーテルと未粉碎の繊維状セルロースエーテル原料とを分けるセパレータ 7 が配置されている。セパレータ 7 は回転軸 8 を有しており、回転軸 8 は容器 1 外部でモータ 12 に連結されセパレータ 7 を回転させるようになっている。さらに容器 1 側部には繊維状セルロースエーテル原料をスクリュによって容器 1 内に送る原料供給口 11、容器 1 上部には粉碎された粉末セルロースエーテルを排出する製品排出口 15、容器 1 下部には容器 1 内に空気を送る空気供給口 20、金属片などの異物を排出する異物排出口

cellulose ether has been blown on the upper part, and a container 1 emits externally.

**[0018]**

A turntable 2 is arranged at the lower part in a container 1, and a turntable 2 is connected with a motor 3 and rotated.

A turntable 2 has a concave part 4 along the rotation direction, and has the feeding slot 6 of the rotation radiation direction in the concave part 4.

Moreover by the non-contact, the roller 5 which has the cross-sectional form adjusted in the form of a concave part 4 on a concave part 4 approaches, and is arranged.

The width of a feeding slot 6 is thin toward the periphery of a turntable 2.

It has the direction of a rotation axis in the rotation radiation direction of a turntable 2, it connects with an arm 14, and a roller 5 is depressed toward a concave part 4.

**[0019]**

The separator 7 which divides the ground powder cellulose ether and a non-ground fibrous cellulose ether starting material is arranged at the upper part in a container 1.

The separator 7 has the rotation axis 8.

A rotation axis 8 is connected with a motor 12 in the outside of a container 1, and rotates a separator 7.

Furthermore the raw material supplies opening 11 which sends a fibrous cellulose ether starting material in a container 1 on a screw is provided to the side part of a container 1. The product discharge port 15 which emits the ground powder cellulose ether is provided to the upper part of a container 1. The air supply port 20 which sends air in a container 1 is provided to the lower part of a container 1. Moreover, the foreign material discharge port 13 which emits foreign materials, such as a metal piece, is provided.

13が設けられている。

**[0020]**

この粉末化装置10を使用し、以下のようにして繊維状セルロースエーテル原料を粉末化する。繊維状セルロースエーテル原料を原料供給口11から容器1内部に投入すると、ターンテーブル2の上に落ち、ターンテーブル2の遠心力により凹部4内に蓄積される。蓄積された繊維状セルロースエーテル原料は、ローラ5と凹部4との間で圧縮、摩砕されながら、溝6により球状に粉末化されてターンテーブル2の外周に向かって移動する。ローラ5は繊維状セルロースエーテル原料に押し付けられることにより回転する。

**[0021]**

容器1内部は、空気供給口20から送られた空気によって旋回上昇気流が発生し冷却されると同時に、粉砕された粉末セルロースエーテルがその旋回上昇気流に乗って容器1内上部に上がる。このとき未粉砕の繊維状セルロースエーテル原料も容器1内上部に上がるが、粉末セルロースエーテルだけがセパレータ7のスリットの内部に入って分級され、気流と共に製品排出口15から容器1外部に排出される。排出された粉末セルロースエーテルはバッグフィルター等の集塵装置で捕集される。未粉砕の繊維状セルロースエーテル原料は、ターンテーブル2上に落下して再び粉末化される。また気流で搬送不能な粗大粒状物

**[0020]**

This pulverization device 10 is used.

A fibrous cellulose ether starting material is pulverized as follows.

When throwing a fibrous cellulose ether starting material into container 1 inside from the raw material supplies opening 11, it will fall on a turntable 2 and the centrifugal force of a turntable 2 will be accumulated in a concave part 4.

Being carried out compression and grinding between a roller 5 and the concave part 4, the storage fibrous cellulose ether starting material carried out is pulverized by the groove 6 in the shape of a ball, and is moved toward the periphery of a turntable 2.

A roller 5 is rotated when a fibrous cellulose ether starting material pushes against.

**[0021]**

The swing ascending current generates and the inside of a container 1 is cooled by air sent from the air supply port 20. The powder cellulose ether ground simultaneously rides on the swing ascending current with it, and it goes up to the upper part in a container 1.

At this time, a non-ground fibrous cellulose ether starting material also goes up to the upper part in a container 1.

However, only a powder cellulose ether enters inside the slit of a separator 7, and it classifies it. And, a container 1 is externally emitted from the product discharge port 15 with an air current.

The emitted powder cellulose ether is collected with dust collectors, such as a bagfilter.

A non-ground fibrous cellulose ether starting material falls on a turntable 2, and is pulverized again.

Moreover the foreign materials which cannot be conveyed by the air current, such as a big and rough particulate material and a metal



や金属片などの異物は、異物排出口 13 から排出される。

**【0022】**

図 2 は、本発明を適用するセルロースエーテルの粉末化装置の別の実施例を示す要部拡大図である。この粉末化装置は、ローラ 5 の表面であってテーブル 2 に対向する面に、ターンテーブル 2 の回転放射方向の送り溝 9 を有していることを除き、図 1 に示す粉末化装置 10 と同様の構成であり、粉末化装置 10 と同様に動作する。

**【0023】**

以下の条件で繊維状セルロースエーテル原料を粉末化した。

**【0024】**

まず繊維状セルロースエーテル原料としてヒドロキシプロピルメチルセルロースを製造した。高純度コットンリンターパルプに対し、水酸化ナトリウム、メトキシ基置換のために塩化メチル、ヒドロキシプロポキシ基置換のために酸化プロピレンを加えて反応させ、熱水でヒドロキシプロピルメチルセルロースに対し残塩分が 1 重量%程度になるまで精製し、その後乾燥して含有水分が 1.2 重量%の繊維状ヒドロキシプロピルメチルセルロース原料を得た。この繊維状ヒドロキシプロピルメチルセルロース原料は、メトキシ置換度が 1.4、ヒドロキシプロポキシ基置換度が 0.2 であった。尚、置換度は 1 グルコースユニット当たり導入さ

piece, are emitted from the foreign material discharge port 13.

**[0022]**

Figure 2 is a principal part expanded view showing another Example of the pulverization device of the cellulose ether which applies this invention.

This pulverization device is the surface of a roller 5, and is the similar composition as the pulverization device 10 shown in Figure 1 except having the feeding slot 9 of the rotation radiation direction of a turntable 2 in the surface opposing to a table 2.

It operates like the pulverization device 10.

**[0023]**

The fibrous cellulose ether starting material was pulverized on condition that the following.

**[0024]**

First, the hydroxypropyl methylcellulose was produced as a fibrous cellulose ether starting material.

Methyl chloride is added and is made to react to a high purity cotton linter pulp for sodium hydroxide and methoxyl group substitution. Moreover, a propylene oxide is added and is made to react for the hydroxy propoxyl group substitution.

It refines until the amount of remaining salt becomes about 1weight% to the hydroxypropyl methylcellulose by the hot water.

After that, it dried and the fibrous hydroxypropyl methylcellulose starting material whose -containing water content is 1.2 weight% was obtained.

Methoxyl substitution degree of this fibrous hydroxypropyl methylcellulose starting material was 1.4. Moreover, hydroxy propoxyl group substitution degree was 0.2.

In addition, substitution degree shows the number of substituents transduced by per 1 glucose unit.

れた置換基数を示す。

**【0025】**

得られた繊維状ヒドロキシプロピルメチルセルロース原料を濃度1重量%の水溶液にして20°Cの恒温に保ちブロックフィールド型回転粘度計を使用して粘度を測定したところ16750 mPa・sであった。平均粒子径は、JIS Z8801に規定される呼び寸法1000、710、500、355、250、180、150、106 μmの篩いを使用して測定したところ505 μmであった。嵩密度は0.46 g/ccであった。

**【0026】**

粉末化装置としてIHI微粉碎堅型ミル（IS-250型ミル：石川島播磨重工業株式会社製）のターンテーブル2およびローラ5の両方に送り溝6・9を有する装置、ターンテーブル2だけに送り溝6を有する装置、ローラ5だけに送り溝9を有する装置を使用し、それぞれ繊維状ヒドロキシプロピルメチルセルロース原料を投入して粉碎し、粉碎後の粉末ヒドロキシプロピルメチルセルロースをバッグフィルターで捕集した。ターンテーブル2の中心点から凹部4の径方向の中点までの距離は250 mm、送り溝6の最小幅は1 mm、最大幅は5 mmであった。

**【0027】**

得られた粉末ヒドロキシプロピ

**[0025]**

The obtained fibrous hydroxypropyl methylcellulose starting material is made into the aqueous solution of 1 weight% of concentration, and is maintained at a 20-degree C constant temperature. And, it was 16750 mPa·s, when the block field type rotational viscometer was used and viscosity was measured.

When the average particle diameter used and measured the nominal size 1000, 710, 500, 355, 250, 180, and 150, 106 micrometers sieve specified to JIS Z8801, it was 505 micrometers.

The bulk density was 0.46 g/cc.

**[0026]**

As a pulverization device, the device which has a feeding slot 6\*9 is used to both of the turntables 2 and the rollers 5 of IHI pulverization vertical type mill (made by IS-250 type mill: Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co., Ltd. K.K.). Moreover, the device which has a feeding slot 6 is used only to a turntable 2. The device which has a feeding slot 9 is used only to a roller 5.

And, a fibrous hydroxypropyl methylcellulose starting material is respectively thrown in and ground.

The powder hydroxypropyl methylcellulose after grinding was gathered by the bagfilter.

The distance from the main point of a turntable 2 to the middle point of the radial direction of a concave part 4 was 250 mm. The minimum width of a feeding slot 6 was 1 mm. Maximum width was 5 mm.

**[0027]**

The average particle diameter and the bulk



ルメチルセルロースの平均粒子径、嵩密度を測定し、さらに粉末ヒドロキシプロピルメチルセルロースを濃度1重量%の水溶液にして粘度を測定した。その結果を粉末ヒドロキシプロピルメチルセルロースの特性として表1に示した。

【0028】

【表1】

density of the obtained powder hydroxypropyl methylcellulose are measured.

Furthermore the powder hydroxypropyl methylcellulose was made into the aqueous solution of 1 weight% of concentration, and viscosity was measured.

The result was shown in Table 1 as characteristics of the powder hydroxypropyl methylcellulose.

[0028]

[Table 1]

表 1

粉 碎 装 置	送り溝 6・9 の有無		粉末ヒドロキシプロピルメチルセルロースの特性		
	ターンテーブル 2 側	ローラ 5 側	平均粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	嵩密度 (g/cc)	1重量%水溶液粘度 (mPa·s)
IHI微粉碎堅型ミル	有	有	69	0.35	14700
IHI微粉碎堅型ミル	有	無	70	0.32	14000
IHI微粉碎堅型ミル	無	有	72	0.32	14200
IHI微粉碎堅型ミル	無	無	69	0.26	12500
ACMパルペライザ	—	—	75	0.23	13500
ビクトリミル	—	—	75	0.26	14750
バッチ式振動ミル	—	—	72	0.33	5500
ボールミル	—	—	70	0.32	7000

Table 1

Row (top to bottom): Grinding device, IHI pulverization vertical type mill, IHI pulverization vertical type mill, IHI pulverization vertical type mill, IHI pulverization vertical type mill, ACM palperiser, Victrimil, Batch type vibration mill, Ball mill

Column (left to right): Existence of a feeding slot 6・9 (Turntable 2 side, Roller 5

side), Characteristics of powder and a droxypropylmethyl cellulose (Average particle diameter, Bulk density, 1 weight % aqueous solution viscosity)

Turntable 2 side (top to bottom): Yes, Yes, No, No

Roller 5 side (top to bottom): Yes, No, Yes, No

#### 【0029】

表1に示したように、ターンテーブル2またはローラ5のどちらか片方に送り溝6・9を有する装置を使用したときは、平均粒子径が70 $\mu$ m程度で、嵩密度が0.27g/cc以上で、粘度の低下も少なかった。ターンテーブル2とローラ5との両方に送り溝6・9を有する装置を使用したときは、片方に送り溝6・9を有する装置よりも、平均粒子径は小さく、嵩密度は高く、粘度の低下も少なかった。

#### 【0030】

比較のため、ターンテーブル2およびローラ5のどちらにも送り溝6・9を有しないIHI微粉碎型ミルを使用し、さらにACMパルペライザ(ACM-15W:ホソカワミクロン株式会社製)、ビクトリミル(VP-1:ホソカワミクロン株式会社製)、バッチ式振動ミル(B-3:中央化工機株式会社製)およびボールミル(株式会社栗本鐵工所製)を使用して前記繊維状ヒドロキシプロピルメチルセルロース原料を粉碎した。

#### 【0031】

得られた粉末ヒドロキシプロピルメチルセルロースの平均粒子径、嵩密度を測定し、さらに粉

#### [0029]

As shown in Table 1, when using the one side of the turntable 2 or the roller 5 the device which has a feeding slot 6\*9, the average particle diameter was about 70 micrometers. Moreover, the bulk density was 0.27 g /more than cc, and the reduction of viscosity was also few.

When using the device which has a feeding slot 6\*9 to both turntable 2 and roller 5, the average particle diameter was smaller than the device which has a feeding slot 6\*9 at one side. Moreover, the bulk density was high and its reduction of viscosity was also few.

#### [0030]

IHI pulverization vertical type mill which does not have a feeding slot 6\*9 is used to both the turntable 2 and the roller 5 for a comparison.

Furthermore, ACM Paluperiser (made by ACM-15W:Hosokawa Micron K.K.), Victrimil(made by VP-1:Hosokawa Micron K.K.), the batch type vibration mill (B-3 : made by Chuou kakouki K.K.), and the ball mill (made by the K.K. Kurimoto) were used, and the above mentioning fibrous hydroxypropyl methylcellulose starting material was ground.

#### [0031]

The average particle diameter and the bulk density of the obtained powder hydroxypropyl methylcellulose are measured.

Furthermore the powder hydroxypropyl

末ヒドロキシプロピルメチルセルロースを濃度1重量%の水溶液にして粘度を測定した。その結果を粉末ヒドロキシプロピルメチルセルロースの特性として表1に示した。

**【0032】**

表1に示したように、ターンテーブル2およびローラ5のどちらにも送り溝6・9を有しないIHI微粉碎堅型ミルで粉末化した粉末ヒドロキシプロピルメチルセルロースは、平均粒子径が小さいが、嵩密度が小さく、粘度の低下が大きかった。ACMパルペライザで粉末化したものは、平均粒子径が大きく、嵩密度が小さく、粘度の低下が大きかった。ビクトリミルで粉末化したものは、粘度の低下が少ないが、平均粒子径が大きく、嵩密度が小さかった。バッチ式振動ミルおよびボールミルで粉末化したものは、平均粒子径が小さくて嵩密度が大きいが、粘度の低下が著しく大きかった。

**【0033】****【発明の効果】**

以上、詳細に説明したように本発明の方法および装置でセルロースエーテルを粉末化すると、粉碎後の粉末セルロースエーテルは、流動性が良く、平均粒子径が小さく、嵩密度が高く、水溶液にしたときの粘度の低下が少ない。しかも粉末化装置の振動、騒音が少なく作業環境が良い。

methylcellulose was made into the aqueous solution of 1 weight% of concentration, and viscosity was measured.

The result was shown in Table 1 as characteristics of the powder hydroxypropyl methylcellulose.

**[0032]**

As shown in Table 1, the powder hydroxypropyl methylcellulose pulverized by IHI pulverization vertical type mill which has a feeding slot 6\*9 in neither the turntable 2, nor the roller 5 has a small average particle diameter.

However, the bulk density was small and the reduction of viscosity was large.

The thing was pulverized with ACM Parperiser had the large average particle diameter. Moreover, the bulk density was small and the reduction of viscosity was large.

The thing was pulverized by Victrelim has a few reduction of viscosity.

However, the average particle diameter was large and the bulk density was small.

The thing was pulverized with the batch type vibration mill and the ball mill has a small average particle diameter, and its bulk density is large.

However, the reduction of viscosity was remarkably large.

**[0033]****[EFFECT OF THE INVENTION]**

As mentioned above, as explained in detail, when pulverizing a cellulose ether by the method and apparatus of this invention, the powder cellulose ether after grinding has a good fluidity, and the average particle diameter is small. Moreover, a bulk density is high and a reduction of the viscosity when making aqueous solution is few.

And a vibration and the noise of the pulverization device are few and a work environment is good.

## 【図面の簡単な説明】

## [BRIEF EXPLANATION OF DRAWINGS]

## 【図 1】

本発明を適用するセルロースエーテルの粉末化装置の実施例を示す概略図である。

## [FIGURE 1]

It is the schematic showing the Example of the pulverization device of the cellulose ether which applies this invention.

## 【図 2】

本発明を適用するセルロースエーテルの粉末化装置の別の実施例を示す要部拡大図である。

## [FIGURE 2]

It is the principal part expanded view showing another Example of the pulverization device of the cellulose ether which applies this invention.

## 【符号の説明】

1 は容器、2 はターンテーブル、3・12 はモータ、4 は凹部、5 はローラ、6・9 は送り溝、7 はセパレータ、8 は回転軸、10 は粉末化装置、11 は原料供給口、13 は異物排出口、14 はアーム、15 は製品排出口、20 は空気供給口である。

## [EXPLANATION OF DRAWING]

1 is a container. 2 is a turntable. 3\*12 is a motor. 4 is a concave part. 5 is a roller. 6\*9 is a feeding slot. 7 is a separator. 8 is a rotation axis. 10 is the pulverization device. 11 is a raw material supplies opening. 13 is a foreign material discharge port. 14 is an arm. 15 is a product discharge port. 20 is an air supply port.

## 【図 1】

## [FIGURE 1]

FIG 1

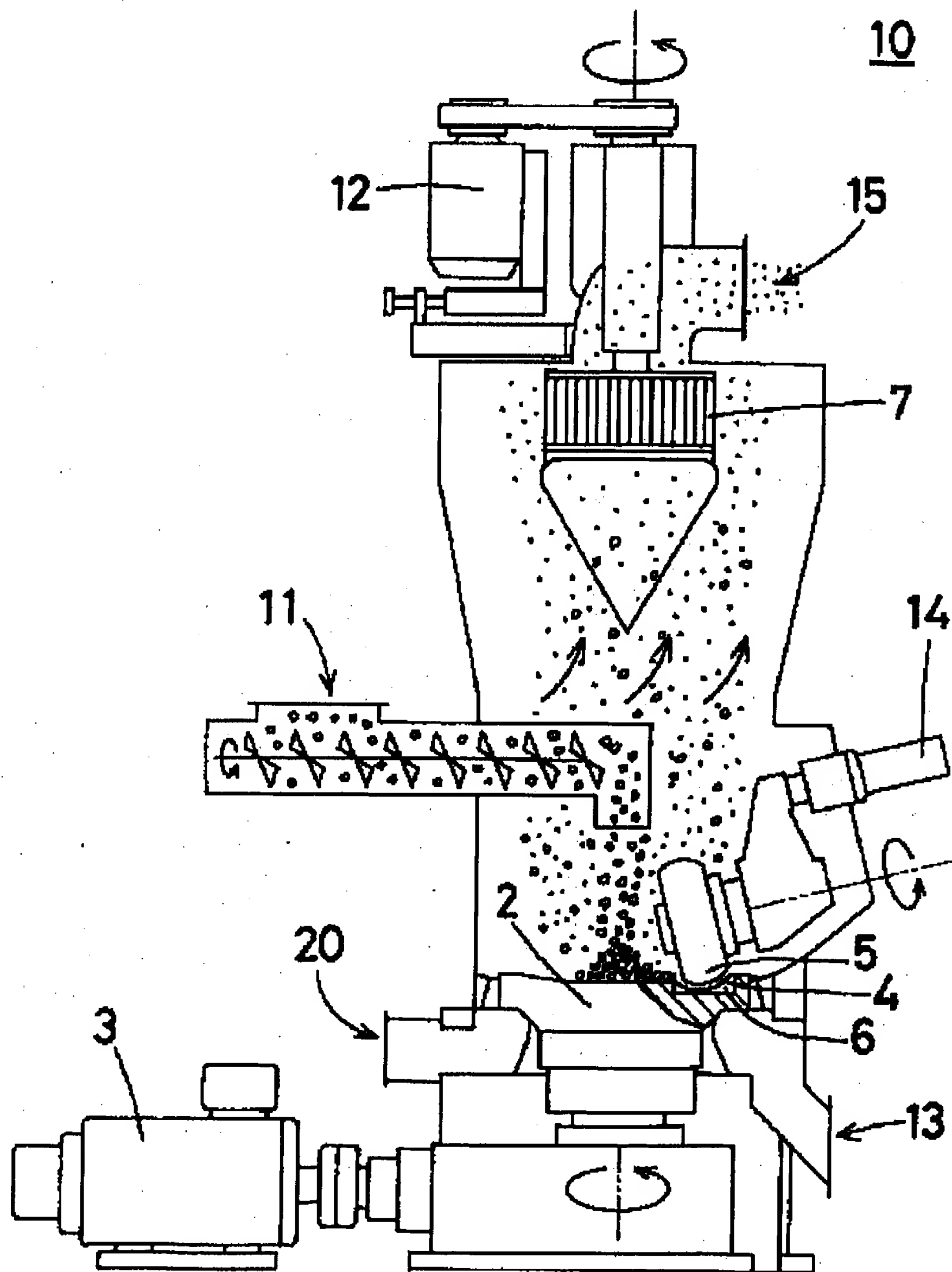


Table 1

【図 2】

[FIGURE 2]

図 2

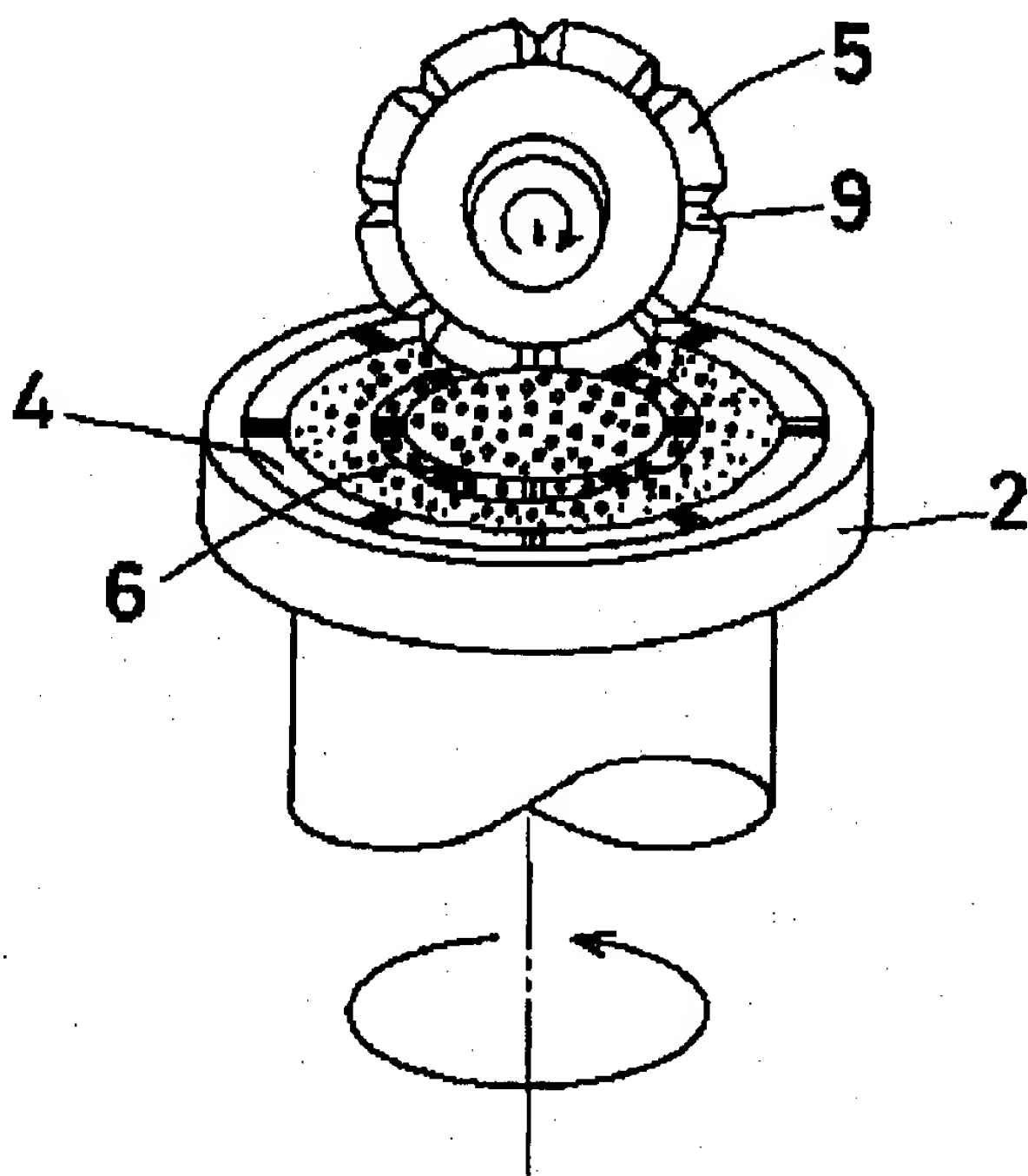


Table 2

-----